

(6) (E)

P8182US

P8182 EP

XP-002290242

AN - 2004-492375 [47]

AP - JP20020343390 20021127

CPY - RIGA-N

DC - S03 V05

FS - EPI

IC - G01N23/20 ; G01N23/201 ; G21K1/04 ; G21K1/06 ; G21K3/00

MC - S03-E06H7 V05-E08

PA - (RIGA-N) RIGAKU DENKI KK

PN - JP2004177248 A 20040624 DW200447 G01N23/20 014pp

PR - JP20020343390 20021127

XIC - G01N-023/20 ; G01N-023/201 ; G21K-001/04 ; G21K-001/06 ; G21K-003/00

XP - N2004-388572

AB - JP2004177248 NOVELTY - Attenuator (41) has X-ray absorption element to adjust intensity of X-ray from X-ray source (4). Sample holder (12) is placed between attenuator and control plate (48) arranged ahead of X-ray detector (13). The control plate has direct-beam stopper (38) that is moved between specific position on optical path and evacuation position. The absorption element and stopper are moved relatively by control apparatus (56).

- USE - For analyzing structure of sample using X-ray.

- ADVANTAGE - Prevents entry of high intensity X-ray into X-ray detector, even when the X-ray detector is arranged on the X-ray optical path.

- DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows a perspective view of the X-ray analysis apparatus. (Drawing includes non-English language text).

- X-ray source 4

- sample holder 12

- X-ray detector 13

- direct-beam stopper 38

- attenuator 41

- aperture 46a

- X-ray absorption elements 47a-47d

- control plate 48

- control apparatus 56

- (Dwg.1/4)

IW - RAY ANALYSE APPARATUS RAY ABSORB ELEMENT ADJUST INTENSITY RAY DIRECT BEAM STOPPER MOVE RELATIVELY CONTROL APPARATUS

IKW - RAY ANALYSE APPARATUS RAY ABSORB ELEMENT ADJUST INTENSITY RAY DIRECT BEAM STOPPER MOVE RELATIVELY CONTROL APPARATUS

NC - 001

OPD - 2002-11-27

ORD - 2004-06-24

PAW - (RIGA-N) RIGAKU DENKI KK

TI - X-ray analysis apparatus has X-ray absorption element to adjust intensity of X-ray and direct-beam stopper which are moved relatively by control apparatus

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-177248

(P2004-177248A)

(43) 公開日 平成16年6月24日(2004.6.24)

(51) Int. Cl.⁷

F I

テーマコード(参考)

G 0 1 N 23/20

G 0 1 N 23/20

2 G 0 0 1

G 0 1 N 23/201

G 0 1 N 23/201

G 2 1 K 1/04

G 2 1 K 1/04

Z

G 2 1 K 1/06

G 2 1 K 1/06

K

G 2 1 K 3/00

G 2 1 K 1/06

T

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2002-343390(P2002-343390)

(22) 出願日

平成14年11月27日(2002.11.27)

(71) 出願人 000250339

理学電機株式会社

東京都昭島市松原町3丁目9番12号

(74) 代理人 100093953

弁理士 横川 邦明

(72) 発明者 青柳 誠

東京都昭島市松原町3丁目9番12号 理
学電機株式会社拝島工場内

(72) 発明者 岩崎 吉男

東京都昭島市松原町3丁目9番12号 理
学電機株式会社拝島工場内

Fターム(参考) 2G001 AA01 BA14 CA01 DA09 HA15

JA04 JA20 SA04 SA11 SA30

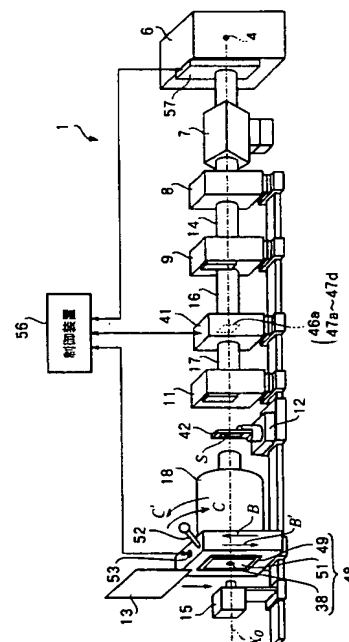
(54) 【発明の名称】 X線分析装置

(57) 【要約】

【課題】 X線検出器に非常に強いX線が入ることを確実に防止できるX線分析装置を提供する。

【解決手段】 X線源4からのX線をその強度を弱めて通過させるX線吸収部材47a~47bと、そのX線吸収部材をX線光路X0上に置く状態と置かない状態46aとを選択的に実現するアッテネータ41と、ダイレクトビームストッパ38をX線光路X0上の位置とそこから退避する退避位置との間で移動させる機構と、X線吸収部材47a等とダイレクトビームストッパ38とを連動して移動させる制御装置56とを有するX線分析装置1である。ダイレクトビームストッパ38が開いたときは、それに連動してX線吸収部材47a等をX線光路X0上に配置する。X線源4のダイレクトビームがX線検出器15に入るのを確実に防止する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

X線を発生するX線源と、
X線をその強度を弱めて通過させるX線減衰要素と、
該X線減衰要素をX線光路上に置く状態と置かない状態とを選択的に実現するX線強度調節手段と、
分析する試料を保持する試料支持手段と、
前記X線源から出たダイレクトビームの進行を阻止するダイレクトビームストップと、
該ダイレクトビームストップをX線光路上の位置とそこから退避する退避位置との間で移動させるストップ位置調節手段と、
前記X線源から見て前記ダイレクトビームストップの後方位置に配置されるX線検出手段と、
前記X線減衰要素と前記ダイレクトビームストップとを連動して移動させる制御手段とを有することを特徴とするX線分析装置。

10

【請求項 2】

請求項 1 において、
前記制御手段はX線測定を行うための制御形態である測定モードを有し、
該測定モードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストップをX線光路上に置き、それに連動して前記X線減衰要素を退避位置に置くことを特徴とするX線分析装置。

20

【請求項 3】

請求項 2 において、
前記制御手段はX線光学系のセッティングを行うための制御形態であるセッティングモードを有し、
このセッティングモードにおいて前記制御手段は前記X線減衰要素をX線光路上に置くことを特徴とするX線分析装置。

【請求項 4】

請求項 2 において、
前記制御手段はX線が出ているかどうかをチェックするための制御形態であるX線モニタモードを有し、
該X線モニタモードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストップを退避位置に置き、それに連動して前記X線減衰要素をX線光路上に置くことを特徴とするX線分析装置。

30

【請求項 5】

請求項 1 において、
前記X線源からX線を放出する状態とX線を遮蔽する状態とを選択するX線シャッターを有し、
前記制御手段は、前記X線減衰要素と前記ダイレクトビームストップとが共にX線光路上に無いときに前記X線シャッターがX線を遮蔽する状態になるように連動させることを特徴とするX線分析装置。

40

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、X線を用いて試料の構造等を分析するX線分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

X線分析装置は、一般に、試料に照射するX線を発生するX線源と、試料から発生するX線、例えば回折X線や散乱X線等を検出するX線検出器とを有する。このX線分析装置において、X線源から放出されたX線が直接にX線検出器に入ること、すなわちダイレクトビームがX線検出器に入ること防止するために、X線検出器の直前位置にX線の進行を

50

阻止する部材、いわゆるダイレクトビームストッパを配置することが知られている（例えば、特許文献1参照）。

【0003】

また、X線光学系を構成する複数の要素の互いの位置関係を調節する作業、いわゆるアライメント作業又はセッティング作業のときに、X線検出器に強いX線が入って当該X線検出器を損傷させることを防止するために、X線の強度を弱める部材、例えばX線吸収板をX線光学系の中に配置することも知られている（例えば、特許文献2参照）。

【0004】

上記のダイレクトビームストッパは、X線測定中、X線光路上に配置される。しかし、セッティング作業の際には、ダイレクトビームストッパはX線光路上から退避させられることがある。また、上記のX線吸収板は、セッティング作業時にはX線光路上に配置される必要があるが、X線測定中にはX線光路上から外されることが必要である。このように、ダイレクトビームストッパやX線吸収板等といった要素は、必要に応じて、それらを選択する必要がある。

【0005】

【特許文献1】

特開平7-55727号公報

【特許文献2】

特開平8-218449号公報

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、従来のX線分析装置においては、上記ダイレクトビームストッパの位置と上記X線吸収板の位置は、それぞれ独自に変化されるようになっていて、互いに連動するものではなかった。従って、場合によっては、X線検出器にダイレクトビームや非常に強いX線が入ってしまい、当該X線検出器を損傷するおそれがあった。

【0007】

本発明は、上記の問題点に鑑みて成されたものであって、X線検出器に非常に強いX線が入ることを確実に防止できるX線分析装置を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】

(1) 上記の目的を達成するため、本発明に係るX線分析装置は、X線を発生するX線源と、X線をその強度を弱めて通過させるX線減衰要素と、該X線減衰要素をX線光路上に置く状態と置かない状態とを選択的に実現するX線強度調節手段と、分析する試料を保持する試料支持手段と、前記X線源から出たダイレクトビームの進行を阻止するダイレクトビームストッパと、該ダイレクトビームストッパをX線光路上の位置とそこから退避する退避位置との間で移動させるストッパ位置調節手段と、前記X線源から見て前記ダイレクトビームストッパの後方位置に配置されるX線検出手段と、前記X線減衰要素と前記ダイレクトビームストッパとを連動して移動させる制御手段とを有することを特徴とする。

【0009】

このX線分析装置によれば、X線減衰要素とダイレクトビームストッパとを連動して移動させることができるので、一方をX線光路上から外れる位置へ退避させるときには、それに連動させて他方を自動的にX線光路上へ置くことができる。これにより、X線光路に沿って進行するX線は、必ず、X線減衰要素又はダイレクトビームストッパのいずれかに当たることになる。それ故、X線光路上にX線検出器が配設される場合でも、そのX線検出器に強度の強いX線が入ることを確実に防止できる。

【0010】

(2) 上記構成のX線分析装置において、前記制御手段はX線測定を行うための制御形態である測定モードを有し、この測定モードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストッパをX線光路上に置き、それに連動して前記X線減衰要素を退避位置に置くことができる。

【0011】

測定モードにおいては、X線源から放出されるX線を試料に照射し、そのときに試料から発生するX線、例えば散乱X線をX線検出器によって検出する。このとき、ダイレクトビームストッパをX線光路上に置いておけば、X線検出器にダイレクトビームが当たってX線検出器が損傷することを防止できる。また、このとき、X線減衰要素はX線光路から外れる位置へ自動的に退避するので、試料へ照射されるX線が弱められることはない。

【0012】

(3) 上記構成のX線分析装置において、前記制御手段はX線光学系のセッティングを行うための制御形態であるセッティングモードを有し、このセッティングモードにおいて前記制御手段は前記X線減衰要素をX線光路上に置くことができる。この場合、制御手段は、ダイレクトビームストッパの位置に関係なく、必ず、X線減衰要素がX線光路上に入っているようにすることが望ましい。

10

【0013】

セッティングとは、X線分析装置に含まれる複数のX線光学要素、例えば、スリット、コリメータ等をX線光路に対して所定の位置に合わせることににより、X線測定を正常に行うことができるようにするための作業のことである。この作業は、アライメントと呼ばれることもある。

【0014】

このセッティングを行う場合に、上記のようにX線減衰要素をX線光路上に配置すれば、強度が弱められたX線を用いて各X線光学要素の位置合わせを行うことができる。また、ダイレクトビームストッパをX線光路から外れる位置へ退避させておけば、強度が弱められたX線がダイレクトビームストッパによって誤って除去されることを防止できる。

20

【0015】

(4) 上記構成のX線分析装置において、前記制御手段はセッティングを行うための制御形態であるセッティングモードを有し、このセッティングモードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストッパを退避位置に置き、それに連動して前記X線減衰要素をX線光路上に置くか、あるいは、前記ダイレクトビームストッパをX線光路上に置き、それに連動して前記X線減衰要素をX線光路上に置くことができる。

【0016】

セッティングモード時に、ダイレクトビームストッパを退避位置に置き、それに連動してX線減衰要素をX線光路上に置くという制御を行えば、上記の通りに、X線減衰要素によって強度が弱められたX線を用いてセッティングを行うことができる。

30

【0017】

また、このセッティングモード時に、ダイレクトビームストッパをX線光路上に置き、それに連動してX線減衰要素をX線光路上に置くように、すなわち両方をX線光路上に置くという制御を行えば、ダイレクトビームストッパそれ自体が正規の位置にセットされているかどうか、すなわちダイレクトビームストッパに関するセッティングを行うことができる。

【0018】

(5) 上記構成のX線分析装置において、前記制御手段はX線が出ているかどうかをチェックするための制御形態であるX線モニタモードを有し、該X線モニタモードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストッパを退避位置に置き、それに連動して前記X線減衰要素をX線光路上に置くことができる。

40

【0019】

X線減衰要素をX線光路上に置いて、そのX線光路に沿って進行するX線の強度を弱めると共に、ダイレクトビームストッパをX線光路から外れる位置へ退避させれば、強度を弱められた上記のX線をX線光路上に配置したX線検出器によって検出できるか、あるいは検出できないかによって、X線が出ているか、あるいは出ているかを判定できる。

【0020】

(6) 上記構成のX線分析装置は、前記X線源からX線を放出する状態とX線を遮蔽す

50

る状態とを選択するX線シャッタを有することが望ましい。そしてこの場合、前記制御手段は、前記X線減衰要素と前記ダイレクトビームストッパとが共にX線光路上に無いときに前記X線シャッタがX線を遮蔽する状態になるように連動させることが望ましい。このように、X線減衰要素及びダイレクトビームストッパに加えて、X線シャッタの開閉動作も連動させるようにすれば、過剰な強度のX線が誤ってX線検出器に入ってしまうことを、より一層確実に防止できる。

【0021】

(7) 上記構成のX線分析装置は、前記X線源と前記ダイレクトビームストッパとの間に設けられると共にその内部に試料が置かれるX線光学系と、前記X線源から見て前記ダイレクトビームストッパの後方位置に配置されるX線検出手段とを有することができ、
そしてその場合、前記X線光学系はX線光路を中心とする小角領域において前記試料から発生する散乱X線を検出できる光学系によって構成できる。

【0022】

この構成のX線分析装置は、一般に、小角散乱装置と呼ばれるX線分析装置である。この小角散乱装置は、広角ゴニオメータでは測定できない角度領域、すなわち、試料へ入射するX線の中心から $0.08^{\circ} \sim 4.5^{\circ}$ 程度の角度領域、いわゆる小角領域内に発生するX線、例えば散乱X線を測定する。

【0023】

このような小角領域内に発生するX線を認識できるようにするため、換言すれば、小角領域内における分解能を高めるため、小角散乱装置では、広角領域を測定範囲とする一般的なX線回折装置とは異なった構造、例えば、▲1▼試料へ入射するX線を非常に狭い平行ビームに絞ったり、▲2▼スリットから発生する不要な寄生散乱線が試料へ入射することを防止するために多数の、例えば3つのスリットを長い光路長の中に配設したり、▲3▼X線源からX線検出器にいたるX線通路を真空状態に保持したり、▲4▼試料からX線検出器に至る長さ、いわゆるカメラ長を非常に長くとり、等といった種々の構成が採用される。

【0024】

この小角散乱装置によれば、広角X線分析装置では測定できない、長周期構造を有する物質、例えば有機化合物、における分子構造の違いをX線回折図形の違いによって捉えることができる。

【0025】

【発明の実施の形態】

以下、本発明をX線分析装置の一例である小角散乱装置に適用した場合を例に挙げて説明する。なお、この実施形態は本発明の一例であって、本発明を限定するものではない。

【0026】

図1は、本発明の一実施形態である小角散乱装置1を示している。この小角散乱装置1は、X線源4を備えたX線管6と、X線源4から発生したX線を1つの焦点に収束させるX線集光手段としてのコンフォーカルミラー7と、第1スリット8と、第2スリット9と、第3スリット11と、試料支持装置12と、X線検出手段としての2次元X線検出器13と、X線検出手段としての0次元X線検出器15とを有する。

【0027】

X線源4は、例えば、通電によって発熱するフィラメント（図示せず）と、そのフィラメントに対向して配置されたターゲット（図示せず）とによって構成できる。フィラメントとターゲットとの間には所定の電圧、いわゆる管電圧が印加される。フィラメントに所定の電流を流すと当該フィラメントが発熱して熱電子が放出され、この熱電子が上記の管電圧によって加速されてターゲットの表面に衝突し、この衝突領域からターゲットの材質に対応した波長のX線が発生する。ターゲットの表面において電子が衝突する領域がX線焦点である。

【0028】

X線管6はX線を外部へ放出するための窓（図示せず）を有しており、その窓の所にはX

線シャッタ57が設けられる。このX線シャッタ57はX線源4から出たX線の進行を許容する開状態と、そのX線の進行を遮蔽する閉状態とを選択することができるシャッタ機構を有している。このシャッタ機構にいずれの状態を選択させるかは、制御装置56によって制御される。

【0029】

この制御装置56は、単独の制御回路によって構成することもできるし、あるいは、小角散乱装置1の全体の制御を行う制御回路の一部として構成することもできる。また、制御装置56は、CPU(Central Processing Unit)、RAM(Random Access Memory)、ROM(Read Only Memory)、記憶媒体等を含んで構成されるコンピュータシステムによって構成することもできるし、あるいは、コンピュータを含まないシーケンス回路を用いて構成することもできる。

10

【0030】

第2スリット9と第3スリット11との間にはX線強度調節手段としてのアッテネータ41が配設される。また、試料支持装置12には試料ホルダ42が装着できるようになっており、その試料ホルダ42に測定対象である試料8が取り付けられる。

【0031】

本実施形態の場合、2次元X線検出器13は蓄積性蛍光体を用いた検出器プレートによって構成される。この検出器プレート13は、X線を検出する面の全面に蓄積性蛍光体が均一な厚さで設けられたプレートである。蓄積性蛍光体は、それ自体周知の物質であり、X線が当たった部分にそのX線の強度に対応する量のエネルギーを持った潜像を蓄積でき、さらに、その部分に輝尽励起光、例えばレーザ光が照射されると、その蓄積されたエネルギー潜像が光として外部へ放出される、という機能を有する物質である。

20

【0032】

なお、2次元X線検出器としては、蓄積性蛍光体を用いた検出器プレート以外に、複数のCCD(Charge Coupled Device:電荷結合素子)を平面的に配列して成るCCDX線検出器を用いることもできる。また、0次元X線検出器15は、PC(Proportional Counter)やSC(Scintillation Counter)等によって構成できる。

【0033】

試料8に対して小角散乱測定を行う場合、X線検出器としては2次元X線検出器である検出器プレート13が用いられる。また、スリット8、9、11その他の要素をX線光路X0に対して所定の位置に合わせる作業、すなわちセッティング作業を行う場合、X線検出器としては0次元X線検出器15が用いられる。

30

【0034】

アッテネータ41は、図4に示すように、X線光路X0に対して平行(すなわち、図4の紙面垂直方向)に延びる軸43を中心として矢印Aのように又はその反対方向へ回転可能な円板44を有する。この円板44には、5個の開口46が軸43の周りに等角度間隔で設けられている。そして、1つの開口46aを除いて4つの開口46には、X線吸収率の異なる4つのX線吸収部材47a、47b、47c、47dがX線減衰要素として装着されている。開口46aは何も装着されないで、空の状態になっている。

40

【0035】

X線吸収部材47a~47dはX線を吸収できる物質、例えば、Cu(銅)、Al(アルミニウム)によって形成され、X線の吸収率を異ならせるため、それらの厚さが異なっている。例えば、X線吸収部材47aは厚さ0.3mmのCuによって形成され、X線吸収部材47bは厚さ0.2mmのCuによって形成され、X線吸収部材47cは厚さ0.1mmのCuによって形成され、X線吸収部材47dは厚さ0.2mmのAlによって形成される。

【0036】

円板44の軸43には回転駆動装置54が接続される。この回転駆動装置54は、例えば

50

、回転角度を制御可能な電動モータを用いて構成される。この回転駆動装置 54 によって円板 44 を所定の角度だけ軸 43 を中心として回転させることにより、複数の開口 46 のうちのいずれか 1 つを X 線光路 X0 上に選択的に置くことができる。図 4 では、空の開口 46a が X 線光路 X0 上に置かれた状態を示しており、この状態では X 線光路上に X 線吸収部材が置かれられないので、図 1 の X 線源 4 から出た X 線は減衰されることなくアッテネータ 41 を通過する。

【0037】

なお、X 線吸収部材 47a ~ 47d 及び空の開口 46a のうちのいずれか X 線光路 X0 に位置しているかを判定する手段は種々考えられ、特定のものに限定されることはない。例えば、回転駆動装置 54 をパルスモータによって構成し、そのパルスモータに印加するパルスを制御することにより、円板 44 を希望の角度だけ回転させるという方法が考えられる。

【0038】

また、軸 43 にパルス発生器を取り付けておき、このパルス発生器によって円板 44 の回転角度を検出するという方法も考えられる。また、個々の開口 46 に対応させてカムを設け、いずれかの開口 46 が X 線光路 X0 に到来したときにはそれに対応するカムがマイクロスイッチによって検出されるという方法も考えられる。

【0039】

回転駆動装置 54 の動作は図 1 の制御装置 56 によって制御される。また、図 4 の円板 44 の角度位置に関する情報、すなわち開口 46 の回転方向に関する角度位置に関する情報は、図 1 の制御装置 56 へ伝送され、その制御装置 56 による制御のための情報として用いられる。

【0040】

第 1 スリット 8 と第 2 スリット 9 との間には管 14 が配設され、第 2 スリット 9 とアッテネータ 41 との間には管 16 が配設され、アッテネータ 41 と第 3 スリット 11 との間には管 17 が配設され、試料 8 が装着される位置と検出器フレート 13 が置かれる位置の間には管 18 が配設される。小角散乱測定の際、検出器フレート 13 は管 18 の端部に向して配設される。これらの管 14、16、17、18 は図示しない減圧装置に接続され、この減圧装置の働きにより、これらの管の内部は真空又はそれに近い減圧状態に減圧される。この減圧状態により、管内を進行する X 線が空気散乱によって減衰することを防止できる。

【0041】

本実施形態の小角散乱装置 1 では、試料支持装置 12 によって支持される試料 8 から発生する散乱線を検出することが目的であるが、この散乱線の強度は非常に小さい。上記のように管 14、16、17、18 によって減圧通路を形成するのは、X 線の空気散乱によって目標とする試料 8 からの散乱線が乱れることを防止するためである。

【0042】

管 18 の端部にはストップフレート 48 が矢印 B 及び B' で示すようにスライド移動可能に装着されている。このストップフレート 48 は、正方形、長方形、円形その他適宜の形のリング状に形成された枠 49 と、その枠 49 に装着された X 線透過フィルム 51 と、その X 線透過フィルム 51 の略中央位置に固着、例えば接着されたダイレクトビームストップ 38 とによって構成されている。ダイレクトビームストップ 38 は、例えば、Pb (鉛) によって形成される。

【0043】

ストップフレート 48 が取り付けられた管 18 の端部には、そのストップフレート 48 をスライド移動させるための機構が内蔵されている。また、このスライド機構にはレバー 52 が付設されている。レバー 52 を矢印 C 方向へ傾ければストップフレート 48 を矢印 B 方向へスライド移動させることができる。また、レバー 52 を矢印 C' 方向へ傾ければストップフレート 48 を矢印 B' 方向へスライド移動させることができる。

【0044】

本実施形態では、レバー52を矢印C方向の最端位置まで移動させるとストップフレート48を矢印B方向の最端位置まで移動させることができ、この最端位置においてダイレクトビームストップ38がX線光路X0上に位置するようになっている。また、レバー52を矢印C'方向へ移動させれば、ストップフレート48を矢印B'方向へスライド移動させて、ダイレクトビームストップ38をX線光路X0から外れる退避位置へ退避させることができる。

【0045】

このように、ストップフレート48、それをスライド移動させるための機構、及びレバー52は、ダイレクトビームストップ38をX線光路X0上の位置とそこから退避する位置との間で移動させるストップ位置調節手段を構成している。もちろん、ストップ位置調節手段はこれ以外の構成とすることもできる。

【0046】

ストップフレート48をスライド移動させるための機構又はレバー52には、フォトセンサ、マイクロスイッチ、その他、任意の構造の位置センサ53が付設され、ダイレクトビームストップ38がX線光路X0上にある場合と、X線光路X0から退避している場合との違いに応じて、その位置センサ53から異なる信号が出力されるようになっている。

【0047】

図2は、図1に示す小角散乱装置1におけるX線の進行の様子を模式的に示している。図2において、図1と同じ符号は同じ要素を示している。図2に示すように、コンフォーカルミラー7は、互いに交差する関係にある2つのX線反射面7a及び7bを有し、それらのX線反射面で反射したX線が同じ又はほぼ同じ焦点fに集まるようになっているX線反射ミラーである。

【0048】

このコンフォーカルミラー7は、例えば、X線を反射することのできる材料、例えば、ニッケル、白金、タンゲステン等によって単層構造として形成することができる。あるいは、コンフォーカルミラー7は、X線反射面上に複数の薄膜を積層することにより、X線の回折を利用して全体としてX線を反射させる構造の多層膜ミラーとして形成することもできる。この多層膜ミラーによれば、単層構造のX線反射ミラーに比べて、より強度の強いX線を反射して焦点fへ集めることができる。

【0049】

図1の小角散乱装置1の全体の動作を制御する制御装置は、制御装置56を含んで構成されたり、制御装置56とは別に設けられたりするが、この制御装置は少なくとも、測定モード、セッティングモード、X線モニターモードの3つの制御モードを有している。これらのモードは、キーボード、マウス、その他の適宜の操作入力装置によって指示できる。

【0050】

測定モードは、試料8に対してX線を照射し、その試料8から発生する散乱X線をX線光路X0の中心に対する小角領域内で測定するための制御モードである。X線モニターモードは、X線源4からX線が出ているかどうかをチェックするための制御モードである。

【0051】

また、セッティングモードは、X線源4からダイレクトビームストップ38までの間に配置された各種の光学要素、例えば、コンフォーカルミラー7、スリット8、9、11、試料支持装置12等によって形成されるX線光学系がX線光路X0に対して所定の位置に合わされているかどうかをチェックするための制御モードである。また、ダイレクトビームストップ38がX線光路X0上に正確に位置しているかどうかのチェックもセッティングモードに含まれる。

【0052】

(測定モード)

まず、測定モード時の動作について説明する。この測定モード時、測定者はストップフレート48のためのレバー52を矢印C'方向の最端位置にセットして、ダイレクトビームストップ38をX線光路X0上に配置する。また、検出器フレート13をX線光路X0上

に配置する。レバー52を上記の位置にセットすると、その位置情報が位置センサ53によって制御装置56へ伝送される。制御装置56は、その情報に従って、アッテネータ41及びX線シャッタ57の動作を制御する。つまり、ダイレクトビームストッパ38の位置と連動させてアッテネータ41及びX線シャッタ57の状態を制御する。

【0053】

具体的には、図4のアッテネータ41内の回転駆動装置54に、X線光路X0にX線吸収部材47a~47bを介在させない旨の情報が伝送され、これにより、円板44が必要な角度だけ回転駆動されて、空の開口46aがX線光路X0上にセットされる。つまり、アッテネータ41は、X線を減衰させない状態にセットされる。また、図1のX線シャッタ57は、X線通路を開いてX線を通過させる状態にセットされる。

【0054】

以上の条件の下、測定者は、試料Sが装着された試料ホルダ42を試料支持装置12の所定位置に取り付けて、試料SをX線光路X0上にセットする。次に、測定者によって測定スタートの指示が成されると、X線源4からX線が発生され、そのX線は図2においてコンフォーカルミラー7によって焦点fに集光するように進行する。また、第1スリット8及び第2スリット9のダブルスリット構造により、X線の収束状態を安定な状態に設定し、さらに、第2スリット9で発生する寄生散乱線が試料Sに当たることを第3スリット11によって防止する。

【0055】

第3スリット11を通過したX線が試料Sに入射すると、図3において、その試料Sの分子構造に応じた散乱角度 2θ の所に当該分子構造に応じた強度の散乱線が発生する。そして、この散乱線が当たった部分の検出器フレート13に散乱線の強度に対応したエネルギー蓄積が蓄積される。

【0056】

なお、図3において、ダイレクトビームRdが当たる部分W0の検出器フレート13の前にはダイレクトビームストッパ38が配設され、ダイレクトビームRdが検出器フレート13に直接に当たることを防止している。また、W1で示す領域は、図2の第2スリット9で発生した寄生散乱線が第3スリット11によって阻止できなくて、検出器フレート13に到達してしまう領域を示している。

【0057】

つまり、検出器フレート13における領域W0及び領域W1は、ダイレクトビームや寄生散乱線に邪魔されて、試料Sからの散乱線を測定できない領域である。従って、本実施形態の小角散乱装置1によって測定される小角領域は、図3のW1よりも外側の 2θ 領域であり、具体的には、 $0.08^\circ \sim 4.5^\circ$ の角度領域である。

【0058】

このような小角領域における散乱線の測定は、X線をスリット8、9、11によって極めて小さく絞った上で、さらにカメラ長しを長くして行わなければならないので、一般的な広角ゴニオメータを用いて行われるX線測定では実現できない。また、X線を小さく絞る関係上、試料Sに入射するX線の強度が低くなるので、測定のために長時間を必要とする傾向にある。

【0059】

しかしながら、本実施形態では、図2に示すように、X線源4から出たX線をコンフォーカルミラー7で集光するようにしたので、従来に比べて強度の強いX線を試料Sに入射させることができる。このように高強度のX線を試料Sに入射させることができるので、本実施形態では、非常に短時間で検出器フレート13上に十分な強度の散乱線を得ることができ、従って、非常に短時間で測定を完了できる。

【0060】

以上の測定の完了後、図1において、測定者は検出器フレート13を小角散乱装置1から取り外し、その検出器フレート13をX線読取り装置（図示せず）の所定の読取り位置にセットする。そして、検出器フレート13のエネルギー蓄積面の全面を輝尽励起光、例えば

レーザ光によって走査し、このレーザ光によって励起された光を採取して、さらに光電管等によって電気信号に変換し、この電気信号に基づいて、試料 S から発生した散乱線の散乱角度 2θ 及び散乱線の強度を測定する。

【0061】

(セッティングモード)

次に、セッティングモード時の動作について説明する。このセッティングモードは、通常、必要に応じて、上記の測定モードを行うのに先立って測定者の指示に従って実行される。このセッティングモードには、図 1 において、X 線源 4 からダイレクトビームストッパ 38 の手前側までに設置される各種の要素から成る X 線光学系についての位置状態を合わせるためのモードと、ダイレクトビームストッパ 38 の位置を合わせるためのモードとの 2 種類がある。

【0062】

(1) まず、ダイレクトビームストッパ 38 の前側にある X 線光学系に関するセッティングについて説明する。このセッティングの場合、測定者は検出器フレート 13 を小角散乱装置 1 から取り外し、それに代えて、0 次元 X 線検出器 15 を X 線光路 X0 上に設置する。また、試料支持装置 12 に試料 S を装着しない状態とする。

【0063】

また、ダイレクトビームストッパ 38 のレバー 52 を矢印 C' 方向の最端位置まで移動させて、ストッパフレート 48 を矢印 B' 方向へスライド移動させて、ダイレクトビームストッパ 38 を X 線光路 X0 から外れる退避位置へ移動させる。このように、ダイレクトビームストッパ 38 を退避位置へ退避させると、その位置情報が位置センサ 53 によって制御装置 56 へ伝送され、制御装置 56 はその情報に従って、アッテネータ 41 及び X 線シャッタを連動して制御する。

【0064】

具体的には、図 4 の回転駆動装置 54 を制御して円板 44 を適宜の角度だけ回転させて、X 線吸収部材 47a ~ 47d のいずれかが希望するものを X 線光路 X0 上にセットする。どの X 線吸収部材を選択するかは、X 線の強度をどの程度まで減衰させるかに応じて決められる。X 線源 4 から出た X 線は X 線吸収板 47a ~ 47d の 1 つによって減衰されるので、ダイレクトビームストッパ 38 が X 線光路 X0 から外れている場合でも、X 線検出器 15 に強度の強い X 線が誤って入ることを防止でき、その X 線検出器 15 の損傷を防止できる。

【0065】

また、制御装置 56 は、ダイレクトビームストッパ 38 が X 線光路 X0 から外れる位置へ退避されたことに連動させて、X 線シャッタ 57 を開状態にセットする。これにより、スリット 8、9、11 等を含む X 線光学系に X 線を通すことができる。このように通過された X 線がアッテネータ 41 内の X 線吸収部材 47a ~ 47d のいずれかによって減衰された後、X 線検出器 15 によって所定の強度で検出されれば、スリット 8、9、11 等を含む X 線光学系が正規の位置に配置されていることが確認される。

【0066】

一方、X 線検出器 15 によって所定の強度の X 線が検出されない場合は、X 線光学系を構成する何等かの要素が正規の位置に置かれていないことが判定できる。この判定結果に従って、スリット 8、9、11 あるいはその他の要素の位置を調整することにより、セッティングが行われる。

【0067】

(2) 次に、ダイレクトビームストッパ 38 の位置を合わせるためのモードについて説明する。このモード時、測定者は、ストッパフレート 48 のためのレバー 52 を矢印 C 方向の最端位置にセットして、ダイレクトビームストッパ 38 を X 線光路 X0 上に配置する。こうすると、制御装置 56 は、それに連動して、図 4 のアッテネータ 41 内の X 線吸収部材 47a ~ 47d のいずれかを X 線光路 X0 上に配置する。また、X 線シャッタ 57 は開状態、すなわち X 線を通過させる状態に配置する。

【0068】

この状態で、X線源4からX線を発生させ、X線検出器15によってX線を検出する。ダイレクトビームストッパ38が正規の位置にセットされていれば、X線検出器15はX線を検出しない。一方、ダイレクトビームストッパ38が正規位置にセットされていなければ、X線検出器15がダイレクトビームストッパ38から漏れ出たX線を検出する。このように、X線検出器15がX線を検出するか否かによってダイレクトビームストッパ38が正規の位置にセットされているか、いないかを判定できる。

【0069】

(X線モニターモード)

次に、X線モニターモード時の動作について説明する。このX線モニターモードは、通常、必要に応じて、上記の測定モードや上記のセッティングモードを行うのに先立って測定者の指示に従って実行される。

【0070】

このX線モニター時、測定者はストッパプレート48のレバー52を矢印C'方向の最端位置に傾け移動させて、ダイレクトビームストッパ38をX線光路X0から外れる退避位置にセットする。ダイレクトビームストッパ38がこのように退避位置にセットされると、制御装置56はそれに連動して、図4のアッテネータ41において、X線吸収部材47a~47dのいずれかをX線光路X0上にセットする。そしてさらに、制御装置56は、それに連動させてX線シャッタ57を開いてX線の通過を許容する。

【0071】

以上の状態で、X線源4からX線を発生させると、そのX線はアッテネータ41のX線吸収部材47a~47dのいずれかによってその強度が減衰され、その減衰されたX線がX線検出器15によって検出される。こうしてX線検出器15によってX線が検出されれば、X線源4からX線が出ていることを認識できる。一方、X線検出器15がX線を検出しなければ、X線源4からX線が出ていないものと認定できる。

【0072】

以上に説明したように、本実施形態によれば、ダイレクトビームストッパ38の動きとアッテネータ41の動きとX線シャッタ57の動きとを互いに連動させたので、X線検出器15にX線源4からのダイレクトビームが直接に入ることと確実に防止でき、それ故、X線検出器15に過剰なX線が入ってそのX線検出器15が損傷することを確実に防止できる。

【0073】

(その他の実施形態)

以上、好ましい実施形態を挙げて本発明を説明したが、本発明はその実施形態に限定されるものでなく、請求の範囲に記載した発明の範囲内で種々に改変できる。

【0074】

例えば、図1の実施形態では、ダイレクトビームストッパ38をX線光路X0上の位置と退避位置との間で移動させることを測定者の手動によって行うこととしたが、このダイレクトビームストッパ38の位置合わせも制御装置56によって自動的に行うことができる。

【0075】

また、図1の実施形態では、小角散乱装置に本発明を適用したが、本発明は小角散乱装置以外のX線分析装置、例えば、広角ゴニオメータを用いたX線分析装置に対しても適用できる。

【0076】

【発明の効果】

以上の説明のように、本発明によれば、X線減衰要素とダイレクトビームストッパとを連動して移動させることができるので、一方をX線光路上から外れる位置へ退避させるときには、それに連動させて他方を自動的にX線光路上へ置くことができる。これにより、X線光路に沿って進行するX線は、必ず、X線減衰要素又はダイレクトビームストッパのい

ずれかに当ることになる。それ故、X線光路上にX線検出器が配設される場合でも、そのX線検出器に強度の強いX線が入ることを確実に防止できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るX線分析装置の一実施形態を示す斜視図である。

【図2】図1のX線分析装置におけるX線の進行状況を模式的に示す図である。

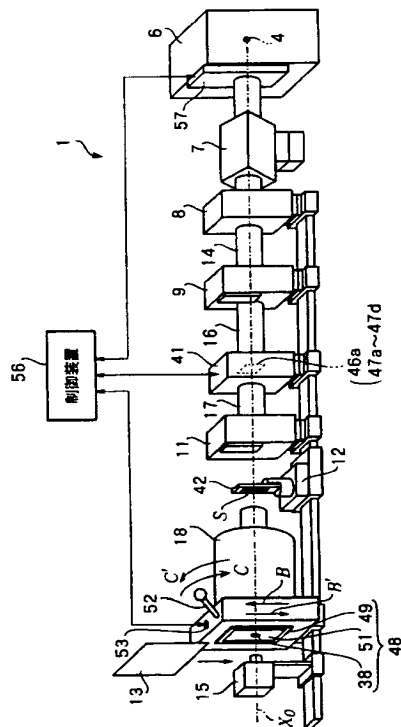
【図3】図2の主要部を拡大して示す図である。

【図4】図1のX線分析装置の主要部であるアッテネータの内部構造の一例を示す図である。

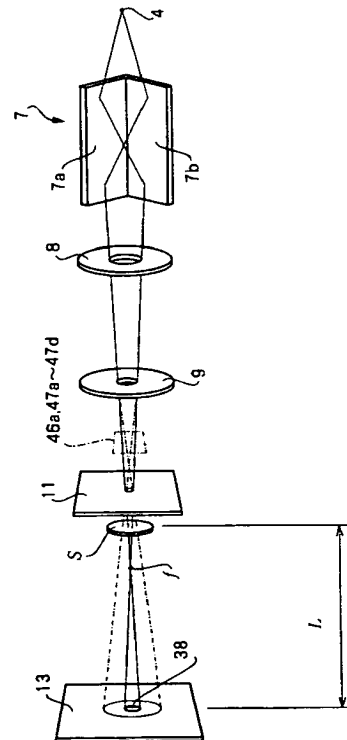
【符号の説明】

1：小角散乱装置、4：X線源、6：X線管、7：コンフォーカルミラー、8、9、11：スリット、12：試料支持装置、13：検出器プレート（2次元X線検出器）、14、16、17、18：管、38：ダイレクトビームストップ、41：アッテネータ（X線強度調節手段）、42：試料ホルダ、43：回転軸、44：円板、46：開口、46a：空の開口、47a～47d：X線吸収部材（X線減衰要素）、48：ストッププレート（ストップ位置調節手段）、51：X線透過フィルム、52：レバー、53：位置センサ、57：X線シャッタ

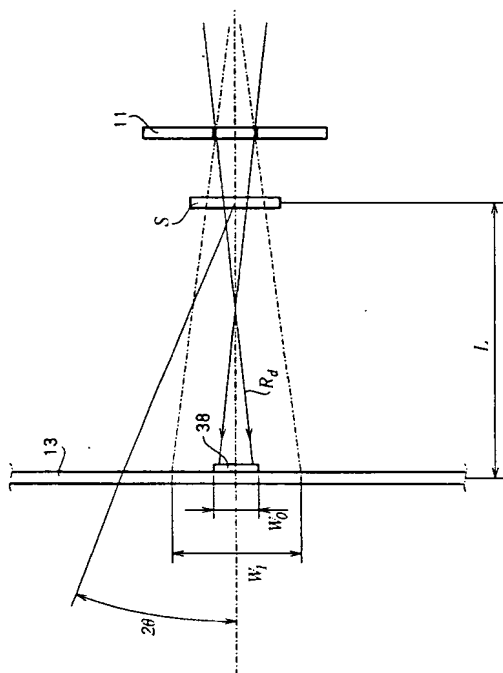
【図1】



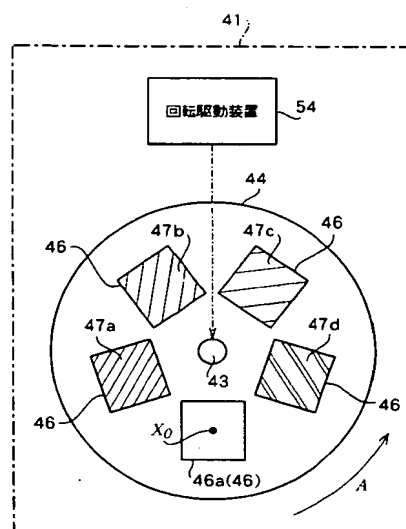
【図2】



【圖 3】



【图 4】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

F I

テーマコード (参考)

G 2 1 K 3/00

W